

检测消泡剂中 Pb

1 样品溶液制备

称取 1.0-5.0g 样品（精确到万分之一）于聚四氟乙烯瓶中，加入 6 mL HNO_3 ，待固体溶解后转移至电热板，并加热赶酸至样品剩余 2-3 mL 混合物，取下冷却至室温后加入 3 mL HF 和 2 mL HClO_4 ，电热板 190 度加热至固体完全溶解并静干，冷却至室温后加入 3 mL HNO_3 溶解盐类，并转移定容至 25 mL 容量瓶中，摇匀备用。

2 实验设备及试剂

AA-7000 系列原子荧光分光光度计（配有 As 空心阴极灯，北京东西分析仪器有限公司）

聚四氟乙烯烧杯

硝酸（ HNO_3 ）：优级纯

HF：优纯级

高氯酸：优纯级

磷酸二氢铵：分析纯

盐酸：优级纯

Pb 单元素标准溶液（国家标准物质研究中心）

3 仪器条件

元素	波长 (λ/nm)	灯电流 (I/mA)	氙灯电流 (I/mA)	光谱通带宽度 ($\Delta\lambda/\text{nm}$)	背景扣除 方式
Pb	283.3	3.0	80.0	0.2	氙灯

Pb[石墨炉温度曲线]

序号	步骤	开始温度(℃)	结束温度(℃)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	100	30	开	关	功率	开
2	干燥	100	120	15	开	关	功率	开
3	灰化	120	900	10	开	关	功率	开
4	灰化	900	950	8	开	关	功率	开
5	灰化	950	950	6	关	关	功率	开
6	原子化	2000	2000	2	关	关	功率	开
7	清除	2200	2200	2	开	关	功率	开
8	冷却	0	0	22	开	关	功率	
9	冷却	0	0	2	关	关	功率	开

4 标准溶液的配制

Pb 检测时 10μL 样品加 5μL1%磷酸二氢铵，As、Hg 检测参照分析方法手册

元素	浓度 (μg/L)				
Pb	0	2.5	5	10	20.0

5 标准曲线

